



中华人民共和国国家标准

GB/T 34158—2017

1.8% 辛菌胺乙酸盐水剂

1.8% Xinjunan acetate aqueous solution

2017-09-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:农业部农药检定所。

本标准参加起草单位:西安嘉科农化有限公司、江苏东宝农药化工有限公司、山东胜邦绿野化学有限公司。

本标准主要起草人:姜宜飞、李国平、宋俊华、薄瑞、陈铁春、赵永辉、屈群超、徐开云、周玉良。

1.8%辛菌胺乙酸盐水剂

1 范围

本标准规定了 1.8%辛菌胺乙酸盐水剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。

本标准适用于由辛菌胺母药和必要的助剂加工成的 1.8%辛菌胺乙酸盐水剂。

注：辛菌胺的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法
- GB/T 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法
- GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法
- GB/T 28136 农药水不溶物测定方法
- HG/T 2467.6—2003 农药水剂产品标准编写规范

3 要求

3.1 外观

本品应由符合标准的辛菌胺母药和必要的助剂加工制成，应是稳定的均相液体，无可见悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

1.8%辛菌胺乙酸盐水剂还应符合表 1 要求。

表 1 1.8%辛菌胺乙酸盐水剂控制项目指标

项 目	指 标
辛菌胺质量分数/%	1.26 ^{+0.19} _{-0.19}
辛菌胺乙酸盐质量分数/%	1.8 ^{+0.3} _{-0.3}
水不溶物/%	≤ 0.2

表 1 (续)

项 目	指 标
pH 值范围	4.0~7.0
稀释稳定性(稀释 20 倍)	合格
低温稳定性 ^a	合格
热贮稳定性 ^a	合格
^a 正常生产时,低温稳定性和热贮稳定性试验,每 3 个月至少进行 1 次。	

4 试验方法

安全提示:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2“液体制剂采样”进行。用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量不少于 200 mL。

4.3 鉴别试验

辛菌胺的鉴别——本鉴别试验可与辛菌胺乙酸盐质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某三个色谱峰的保留时间与辛菌胺标样溶液中三个异构体色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

乙酸根的鉴别——在试样中加入氢氧化铁加热,显棕红色,证明乙酸根的存在。

4.4 辛菌胺和辛菌胺乙酸盐质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用吡啶和乙醇溶解,以癸二酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的辛菌胺进行气相色谱分离和测定,内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

吡啶;

乙醇;

辛菌胺标样:已知质量分数, $w \geq 90.0\%$;

内标物:癸二酸二丁酯,不应含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取癸二酸二丁酯 2.5 g,置于 500 mL 容量瓶中,用吡啶溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.4.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器,分流/不分流进样口;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:30 m×0.32 mm(i.d.)HP-5 毛细管柱,膜厚 0.25 μm;

微量进样器:10 μL。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度:柱室 240 °C 保持 7 min,以 30 °C/min 升温至 280 °C 保持 15 min;气化室 260 °C,检测室 270 °C;

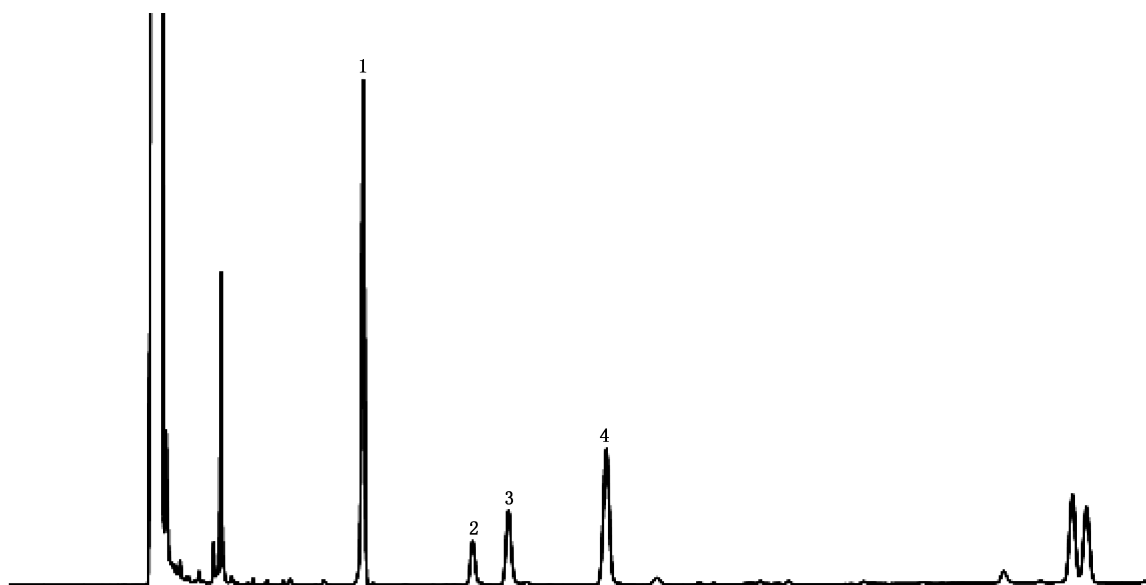
气体流量(mL/min):载气(N₂)1.5,尾吹气(N₂)30,氢气 30,空气 300;

分流比:30:1;

进样体积:1.0 μL;

保留时间:辛菌胺三个异构体分别约 3.9 min、5.2 min、6.3 min,癸二酸二丁酯 3.2 min。

上述操作条件,系典型操作参数,可根据不同仪器及色谱柱特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的 1.8%辛菌胺乙酸盐水剂气相色谱图见图 1。



说明:

1——内标物(癸二酸二丁酯);

2——*N,N*-二正辛基二乙烯三胺;

3——*N,N'*-二正辛基二乙烯三胺;

4——*N,N''*-二正辛基二乙烯三胺。

图 1 1.8%辛菌胺乙酸盐水剂气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取辛菌胺标样 0.03 g (精确至 0.000 1 g),置于 25 mL 容量瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含辛菌胺 0.03 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于 25 mL 具塞玻璃瓶中,用与 4.4.5.1 中同一只移液管准确加入 5 mL 内标溶液,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针辛菌胺与内标物峰面积比的相对变化小于 1.2% 后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中辛菌胺与内标物峰面积比分别进行平均。试样中辛菌胺的质量分数 $w_1(\%)$ 按式(1)计算,辛菌胺乙酸盐的质量分数 $w_2(\%)$ 按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$w_2 = \frac{r_2 \times m_1 \times w \times 507.75}{r_1 \times m_2 \times 354.61} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

r_2 ——试样溶液中,辛菌胺三个异构体峰面积之和与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中辛菌胺的质量分数,以%表示;

r_1 ——标样溶液中,辛菌胺三个异构体峰面积之和与内标物峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

507.75——辛菌胺乙酸盐的相对分子质量;

354.61——辛菌胺的相对分子质量。

4.4.6 允许差

辛菌胺质量分数两次平行测定结果之差,应不大于 0.1%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水不溶物的测定

按 GB/T 28136 中“冷水中不溶物质量分数的测定”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 稀释稳定性试验

按 HG/T 2467.6—2003 中 4.9 进行。静置 1 h 后,稀释液均一,无析出物为合格。

4.8 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。离心管底部析出物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后的辛菌胺质量分数允许降至热贮前质量分数的 95%,稀释稳定性仍应符合标准要求。

4.10 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签、包装

1.8%辛菌胺醋酸盐水剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

1.8%辛菌胺乙酸盐水剂应用清洁、干燥的塑料瓶包装,应用铝箔封口,不得渗漏。每瓶容量为 500 mL、250 mL、100 mL 和 25 mL,紧密排列在双瓦楞纸箱内。每箱净重不超过 10 kg,并附有产品质量证明书和使用说明书。也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但要符合 GB 3796 的规定。

5.2 贮运

1.8%辛菌胺乙酸盐水剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时,严防潮湿和日晒,不得与食物、种子、饲料混放,避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。

5.3 安全

使用本品应戴防护手套、口罩和护目镜,穿干净的防护服,施药后立即用肥皂和水洗净,避免皮肤和眼睛接触药液。如果误服,应及时送医院诊治。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下,1.8%辛菌胺乙酸盐水剂的保证期,从生产日期算起为 2 年。

附 录 A

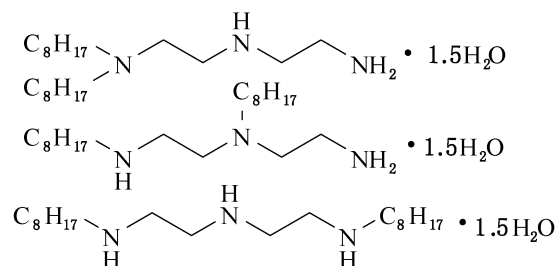
(资料性附录)

辛菌胺的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分辛菌胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

化学名称：*N,N*-二正辛基二乙烯三胺、*N,N'*-二正辛基二乙烯三胺和 *N,N''*-二正辛基二乙烯三胺

结构式：



实验式： $\text{C}_{20}\text{H}_{45}\text{N}_3 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：354.61(按 2007 年国际相对原子质量计)

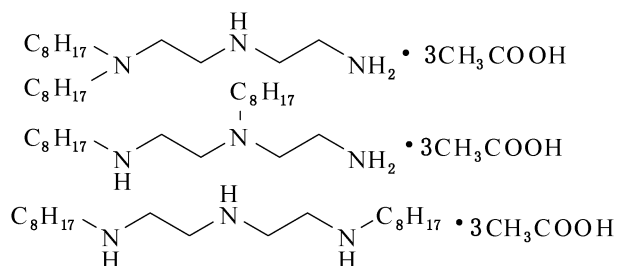
生物活性：杀菌

熔点：62.3 °C

溶解度：易溶于吡啶

本产品有效成分以辛菌胺乙酸盐形式存在，结构式和基本物化参数如下：

结构式：



实验式： $\text{C}_{20}\text{H}_{45}\text{N}_3 \cdot 3\text{CH}_3\text{COOH}$

相对分子质量：507.75(按 2007 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀菌

溶解度：易溶于水，溶于甲醇、乙醇、二甲基甲酰胺